

US Patent Application based on PCT/EP02/06470
"METHOD AND DEVICE FOR DOSING FLUID MEDIA"

Summary of DE 955 004

DE 955 004 discloses a dosing device (see Fig. 1) with the following operation principal. A liquid is guided from a container (1) through a tube (3) as a droplet (4) to a diaphragm (5) which is shown with further details in Fig. 2. Due to surface tension, the droplet forms a layer (6) in the diaphragm (5). Two ring-shaped wires (7) provide a collector which is capable to accommodate a droplet with a predetermined volume. To this and, the sizes of diaphragm (5) and the wires (7) are adapted to each other.

DE 955 004 does not disclose the detaching of at least one partial droplet from a primary droplet as claimed in the above U. S. patent application.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM
27. DEZEMBER 1956

DEUTSCHES PATENTAMT

PATENTSCHRIFT

Nr. 955 004

KLASSE 42 I GRUPPE 3 02

INTERNAT. KLASSE G 01 n ———

B 26893 IX / 42 I

Dipl.-Phys. Siegfried Conrad, Gießen
ist als Erfinder genannt worden

Pintsch-Bamag Aktiengesellschaft, Berlin

Dosierungsvorrichtung mittels Flüssigkeitstropfen

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 8. August 1953 an

Patentanmeldung bekanntgemacht am 28. Juni 1956

Patenterteilung bekanntgemacht am 6. Dezember 1956

Bei der automatischen Mikrodosierung von Flüssigkeiten ist es bekannt, diese in Analysatoren durch eine Kapillare vorzunehmen. Die einzelnen Tropfen werden dabei auf einen Träger, z. B. 5 Papierstreifen, aufgebracht, der zur Reaktion ausgesetzt und nach der Vermessung zwecks Aufnahme eines neuen Tropfens ausgetauscht bzw. weitertransportiert wird.

10 Eine weitere Mikrodosierungsvorrichtung ist durch ein Tropfenkolorimeter bekanntgeworden. Die mechanisch gewonnene Tropfendosis wird einer Tropfkapillare zugeführt, um an deren Austritt unmittelbar zur Reaktion mit dem anströmenden Gas zu gelangen und vermessen zu werden.

Es ist weiter bekannt, zur Entnahme einer 15 kleinen Flüssigkeitsmenge aus einem Vorratsgefäß einen Draht zu benutzen, der am eintauchenden Ende zu einer Öse ausgebildet ist. Die Festlegung der zu dosierenden Menge erfolgt durch die Wahl des Ösendurchmessers bzw. der Drahtstärke. Bei 20 entsprechend feiner Unterteilung von Mengeneinheiten ergibt sich hieraus die Haltung einer entsprechend großen Anzahl Ösen, deren exakte Anfertigung teuer ist, zumal als Material Platin zur Anwendung kommt. 25

Durch die Erfindung ist eine Dosierungsvorrichtung mittels frei fallender Tropfen geschaffen worden, die es ermöglicht, einen frei fallenden Tropfen

eine konstante Flüssigkeitsmenge zur Füllung eines besonders gestalteten Reaktions- und Meßraumes zu entnehmen.

Der der Erfindung zugrunde liegende Gedanke besteht darin, daß ein Tropfen zur Füllung eines Reaktions- und Meßraumes dient, der so gestaltet ist, daß er eine freie Oberfläche besitzt, die zur Vermessung exponierte konstante Reagensmenge aus dem jeweilig auffallenden Tropfen sich selbst zudosiert, und in einer optisch vermeßbaren Gestalt während der gesamten Expositions- und Meßzeit konstant festhält.

Dabei kommt ein Reaktions- und Meßraum zur Anwendung, bei dessen Füllung das Kräftespiel zwischen der Oberflächenspannung der Schwerkraft und der zeitlichen Impulsänderung der auffallenden Flüssigkeit dazu dient, diejenige Menge festzuhalten, die dem Gleichgewicht dieser Kräfte entspricht.

Die räumliche Trennung zwischen dem Reaktions- und Meßraum und der Tropfvorrichtung erfolgt durch eine in einer Trennfläche zum Durchtritt des Tropfens vorgesehenen Öffnung, in der sich ein beim Durchfallen der Tropfen entstehendes aufgespanntes Flüssigkeitshäutchen bildet.

Ein Vorteil der Erfindung ist darin zu ersehen, daß bei gleichbleibender Abmessung der Ösen die zu dosierende, d. h. die in den Ösen festzuhaltende Flüssigkeitsmenge sich erstens durch die Höhe der Abtropffläche einer Tropfvorrichtung über der oder den Ösen verändern läßt und zweitens die festzuhaltende Flüssigkeitsmenge durch die Veränderung des Abstandes zweier bzw. mehrerer nebeneinander angeordneter Ösen zueinander erfolgen kann. Es kann so durch geeignete Feintriebe eine beliebig feine Unterteilung der zu dosierenden Menge erfolgen.

Die genaueste Beobachtung z. B. der Verfärbung eines Tropfens, der in einer Öse gehalten wird, kann dadurch erfolgen, daß das Bild des durchleuchteten Tropfens mit einer Farbskala verglichen wird. An die Stelle des Auges kann z. B. eine Photozelle treten. Die Größe des zu vergleichenden Bildes ist abhängig von der optischen Gestalt des Tropfens. Diese optische Gestalt des Tropfens kann gleichfalls durch die beschriebenen Maßnahmen der Veränderung der Auftropfhöhe und des Ösenabstandes einfach verändert werden, so daß jeweils die geeignete Bildgröße einstellbar wird. Diese Einstellung kann selbst noch nach erfolgter Dosierung erfolgen.

Ein weiterer Vorteil der Erfindung ist darin zu sehen, daß die Schichtdicke der Flüssigkeit durch die Verwendung von mindestens zwei Ösen nebeneinander in Richtung der optischen Achse vergrößert wird, wodurch die Beobachtung geringer Verfärbungen erleichtert wird.

Außerdem ist in der Erfindung hinsichtlich einer Automatisierung ein Vorteil darin zu sehen, daß die Ösen in einer Vorrichtung ruhen, während die Flüssigkeit auftröpft. Hierdurch kann sich eine Automatik darauf beschränken, eine Tropfvorrichtung über den Ösen anzuordnen, z. B. Kapillaren,

Dochte, Rinnen, Leitdrähte, Düsen usw., an Stelle einer Mechanik, die das Eintauchen der Ösen in die Flüssigkeit und das Entfernen verbrauchter Flüssigkeit aus den Ösen besorgen müßte.

In der Zeichnung ist die Dosierungsvorrichtung in einer beispielsweise Anordnung schematisch dargestellt, und zwar veranschaulicht

Fig. 1 die perspektive Ansicht des Vorratsgefäßes für die Flüssigkeit mit den darunter angeordneten, zur Aufnahme des Reaktions- und Meßraumes dienenden Anordnungen;

Fig. 2 den vergrößerten Schnitt durch das Kapillarende, den Reaktions- und Meßraum und die Auffangvorrichtung für den zu dosierenden Tropfen.

Um einen konstanten Tropfenrhythmus zu erhalten, wird das Vorratsgefäß 1 für die Flüssigkeit luftdicht verschlossen und die Luftzufuhr in das Gefäß über eine Abtauchung 2 vorgenommen, wodurch die effektive Druckhöhe und damit die Strömung in der Kapillare 3 konstant gehalten werden. Der von der Kapillare 3 abfallende Tropfen 4 durchschlägt beispielsweise zunächst eine Flüssigkeitshaut in einer Öffnung des Gefäßes, in dem der eigentliche Mikroreaktions- und Meßraum 5 untergebracht ist. Diese Öffnung läuft von beiden Seiten der Wandung nach der Mitte konisch zu, so daß eine ringförmige Schneide gebildet wird. Die Schneide selbst ist benetzungsfähig, während die trichterförmig zur Schneide zulaufenden Teile benetzungsunfähig präpariert werden. Hierdurch wird erreicht, daß sich in der Schneide ein dünnes Flüssigkeitshäutchen 6 ausbilden läßt, das durch die Benetzungsunfähigkeit der angrenzenden Teile nicht auswachsen kann und sich aus jedem durchfallenden Tropfen neu bildet. Durch dieses Flüssigkeitshäutchen 6 erfolgt eine Trennung des zulaufenden von dem der Reaktion ausgesetzten Reagens, wodurch die Vorbelastung des frisch zutropfenden Reagenses unterbunden wird. Die durch die Kapillare 3 gewonnene Tropfendosis dient nach Durchschlagen des Flüssigkeitshäutchens zur Füllung eines Gebildes, das so gestaltet ist, daß die Kräfte, die durch Aufschlagen des Tropfens 4 ausgelöst werden, im Gleichgewicht stehen. Eine Anordnung, die diese Forderung realisiert, ist in der Zeichnung z. B. derartig gestaltet, daß der Tropfen auf zwei Drahtösen 7 entsprechender Öffnung und entsprechendem gegenseitigen Abstand fällt. Beim Auffallen des Tropfens wird die Menge durch die Ösen hindurchgelassen, die dem Kräftegleichgewicht der zeitlichen Impulsänderung durch Bremswirkung, der Schwerkraft und der Oberflächenspannung genügt. Bei Beendigung des Durchströmens entfällt die zeitliche Impulsänderung, so daß sich durch den eintretenden Stillstand nur noch die Schwerkraft und die Oberflächenspannung auswirken können. Die Folge hiervon ist, daß nur die Menge festgehalten werden kann, die sich momentan zwischen den Ösen 7 befindet. Beim Auftreffen des folgenden Tropfens wiederholt sich dasselbe Spiel, wobei der alte durch den neuen Tropfen ausgetauscht wird.

Durch diese neuartige Gestaltung der Dosierungsvorrichtung ist eine präzise Dosierung möglich, z. B. den Anforderungen, die ein Kolorimeter stellt, genügt. Hierbei wurde festgestellt, daß die optische Figur der in den Ösen gehaltenen Flüssigkeit der einer Linse entspricht, so daß die Erfassung des in der Flüssigkeit im Durchgang gefärbten oder extinguierten Lichtes bequem möglich ist.

Die erfindungsgemäß ausgestaltete Vorrichtung benötigt einen äußerst kleinen apparativen Aufwand. Durch Vermeidung jeglicher mechanischer bewegter Teile wird eine große Betriebssicherheit gewährleistet. Hierin liegt ein Vorteil gegenüber den Vorrichtungen, die einen bewegten Träger für das zu vermessende Element benützen.

Gegenüber einem frei hängenden Tropfen ergibt sich der weitere Vorteil, daß nach der beschriebenen Vorrichtung der Reaktions- und Meßraum 5 von dem Reagenszufluß getrennt ist, wodurch die Diffusion von belastetem in unbelastetes Reagens unterbunden wird.

Die in den Ösen 7 gehaltene Flüssigkeitsmenge ist in großem Maße unanfällig gegen mechanische Einwirkungen. Hierdurch kann gegenüber einem frei hängenden Tropfen die Anblasgeschwindigkeit um ein vielfaches erhöht werden. Die für einen freien Tropfen erforderlichen Maßnahmen zur Fernhaltung mechanischer Erschütterungen und Schwingungen können wesentlich reduziert werden.

Die hierdurch gleichzeitig gewonnene erhöhte Betriebssicherheit ist beachtlich, weil eine brauchbare Durchleuchtung eines freien Tropfens nur in dem Stadium kurz vor seinem Abfallen möglich ist, weil sich in diesem Zustand zwischen der Haftfläche und dem halbkugeligen Kopf des Tropfens ein kleiner zylindrischer Teil ausbildet. Da an die Stelle der Haftfläche für einen freien Tropfen die Haftfläche, die durch Ösen gebildet wird, tritt, ist eine Vergrößerung der reaktionsfähigen Oberfläche erzielt worden.

Die hier beschriebene Dosierungsvorrichtung kann vornehmlich in automatischen Analysatoren Anwendung finden.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Dosierungsvorrichtung mittels Flüssigkeitstropfen, dadurch gekennzeichnet, daß die Tropfen zur Füllung eines Reaktions- und Meßraumes (5) dienen, der so gestaltet ist, daß er eine freie Oberfläche besitzt, die zur Vermessung exponierte konstante Reagensmenge aus dem jeweilig auffallenden Tropfen sich selbst zudosiert und in einer optisch vermeßbaren Gestalt während einer beliebig einstellbaren Expositions- und Meßzeit konstant festhält.

2. Dosierungsvorrichtung mittels Flüssigkeitstropfen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein Reaktions- und Meßraum (5) zur Anwendung gelangt, bei dessen Füllung das Kräftespiel zwischen der Oberflächenspannung der Schwerkraft und der zeitlichen Impulsänderung der auffallenden Flüssigkeit dazu dient, diejenige Menge festzuhalten, die dem Gleichgewicht dieser Kräfte entspricht.

3. Dosierungsvorrichtung mittels Flüssigkeitstropfen nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennung zwischen dem Reaktions- und Meßraum (5) einerseits und der Tropfvorrichtung andererseits in der Weise erfolgt, daß sich in einer zum Durchtritt der Tropfen von der Tropfenvorrichtung zum Reaktions- bzw. Meßraum vorgesehenen Öffnung beim Durchfallen der Tropfen ein Flüssigkeitshäutchen bildet.

In Betracht gezogene Druckschriften:

Dr. Fritz Feigl, »Qualitative Analyse mit Hilfe von Tüpfelreaktionen«, Akademische Verlagsgesellschaft m. b. H., Leipzig 1931, S. 115/116.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

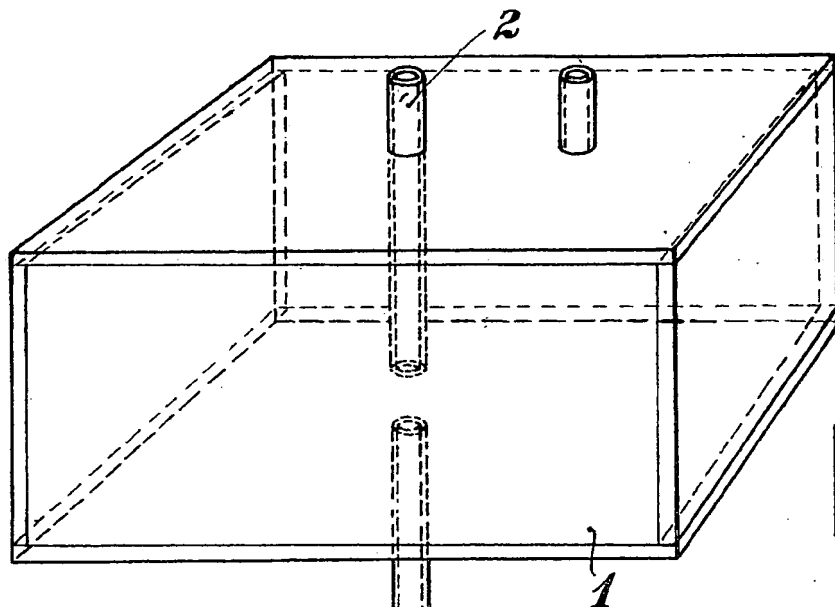


Fig. 1



Fig. 2

